

**NONWOVEN FABRIC AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME****Publication number:** JP2005029931**Publication date:** 2005-02-03**Inventor:** AIKAWA TOSHIO; MURAMOTO YOSHIAKI; KAWABE  
MASAAKI**Applicant:** JAPAN VILENE CO LTD**Classification:****- international:** **B01D39/16; D04H1/72; D04H3/00; B01D39/16;  
D04H1/70; D04H3/00; (IPC1-7): D04H3/00; B01D39/16;  
D04H1/72****- european:****Application number:** JP20030271695 20030708**Priority number(s):** JP20030271695 20030708

Report a data error here

**Abstract of JP2005029931**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a nonwoven fabric that comprises uniformly dispersed fibers of small fiber diameter, has small average flow pore diameter and shows a variety of excellent functions and provide a method for producing the same.

**SOLUTION:** The nonwoven fabric according to this invention is constituted with the fibers that do not take any bundle form even when they are placed in any positions and has  $\leq 0.8$  [ $\mu$ m] average flow pore diameter. The average fiber diameter of the constituting fibers is  $\leq 1$  [ $\mu$ m] and the ratio of standard deviation (Dd) of the fiber diameter of the constituting fibers to the average fiber diameter (Dd/Da) is  $\leq 0.2$ . The nonwoven fabric can be produced through the following steps: (1) the spinning step in which a spinning dope is extruded through nozzles and simultaneously an electric field are allowed to act on the extruded spun dope; (2) the accumulation step where the fibers are accumulated on the collector to form fiber web and (3) the densification step where the fiber web is densified by applying pressure to produce the nonwoven fabric.

**COPYRIGHT:** (C)2005,JPO&NCIPI

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-29931

(P2005-29931A)

(43) 公開日 平成17年2月3日(2005.2.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

F 1

テーマコード (参考)

D 0 4 H 3/00

D 0 4 H 3/00

Z B P J

4 D 0 1 9

B 0 1 D 39/16

B 0 1 D 39/16

A

4 L 0 4 7

D 0 4 H 1/72

D 0 4 H 1/72

C

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2003-271695 (P2003-271695)  
 (22) 出願日 平成15年7月8日 (2003.7.8)

(71) 出願人 000229542  
 日本バイリーン株式会社  
 東京都千代田区外神田2丁目14番5号  
 (72) 発明者 相川 登志夫  
 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地 日  
 本バイリーン株式会社内  
 (72) 発明者 村本 嘉朗  
 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地 日  
 本バイリーン株式会社内  
 (72) 発明者 川部 雅章  
 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地 日  
 本バイリーン株式会社内  
 Fターム(参考) 4D019 AA01 AA03 BA13 BB03 BD01  
 CB06  
 4L047 AA16 AB03 AB07 BA23 CA13  
 CB01 CC03 CC12

(54) 【発明の名称】 不織布及びその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 繊維径の小さい繊維が均一に分散した平均流量孔径の小さい、各種性能の優れる不織布、及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 本発明の不織布は、どこにおいても束状の状態にはない繊維から構成される、平均流量孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以下の不織布であり、前記構成繊維の平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以下であり、しかも前記構成繊維の繊維径の標準偏差(Dd)の、平均繊維径(Da)に対する比(Dd/Da)が、0.2以下である。この不織布は、(1)紡糸溶液をノズルから押し出すとともに、押し出した紡糸溶液に電界を作用させて繊維化する紡糸工程、(2)前記繊維を捕集体上に集積させて繊維ウェブを形成する集積工程、(3)前記繊維ウェブに圧力を加えて緻密化し、不織布を形成する緻密化工程、により製造できる。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

どこにおいても束状の状態にはない繊維から構成される、平均流量孔径が  $0.8 \mu\text{m}$  以下の不織布であり、前記構成繊維の平均繊維径が  $1 \mu\text{m}$  以下であり、しかも前記構成繊維の繊維径の標準偏差 ( $Dd$ ) の、平均繊維径 ( $Da$ ) に対する比 ( $Dd/Da$ ) が、 $0.2$  以下であることを特徴とする不織布。

## 【請求項 2】

構成繊維が実質的に絡合していないことを特徴とする、請求項 1 記載の不織布。

## 【請求項 3】

不織布の空隙率が  $30 \sim 70\%$  であることを特徴とする、請求項 1 又は請求項 2 記載の不織布。 10

## 【請求項 4】

不織布の最大孔径が、平均流量孔径の 3 倍以下であることを特徴とする、請求項 1 ～ 請求項 3 のいずれかに記載の不織布。

## 【請求項 5】

不織布を濾過材として使用することを特徴とする、請求項 1 ～ 請求項 4 のいずれかに記載の不織布。

## 【請求項 6】

(1) 紡糸溶液をノズルから押し出すとともに、押し出した紡糸溶液に電界を作用させて繊維化する紡糸工程、(2) 前記繊維を捕集体上に集積させて繊維ウェブを形成する集積工程、(3) 前記繊維ウェブに圧力を加えて緻密化し、不織布を形成する緻密化工程、とを含むことを特徴とする、不織布の製造方法。 20

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は不織布及びその製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

不織布を構成する繊維の繊維径が小さいと、分離性能、液体保持性能、払拭性能、隠蔽性能、絶縁性能、或いは柔軟性など、様々な性能に優れているため、不織布を構成する繊維の繊維径は小さいのが好ましい。また、不織布構成繊維の繊維径が小さくても、繊維が均一に分散していないと、前記性能を十分に発揮できないため、繊維径の小さい繊維が均一に分散した不織布であるのが好ましい。 30

## 【0003】

このような不織布として、「分割性繊維を主体とする繊維ウェブを結合した後、又は結合すると同時に前記分割性繊維を分割して極細繊維を発生させた後、含液状態で超音波を照射して、前記極細繊維を分散させて製造した不織布」が知られている（特許文献 1、特許文献 2）。これらの不織布は繊維径の小さい極細繊維から形成されたものであり、不織布の平均流量孔径も小さいものであるが、不織布内部には極細繊維の束が存在しているため、前記性能に劣る場合があった。例えば、濾過性能が不十分な場合があった。 40

## 【0004】

別の不織布として、「繊維径が  $4 \mu\text{m}$  以下の極細繊維と、繊維径が  $8 \mu\text{m}$  以上、 $20 \mu\text{m}$  未満の接着した接着性繊維とを含む、最大孔径が平均流量孔径の 2 倍以下の不織布」が知られている（特許文献 3）。この不織布は比較的繊維径の大きい接着性繊維を含んでおり、平均流量孔径が大きいものであったため、前記性能に劣る場合があった。例えば、濾過性能が不十分な場合があった。

## 【0005】

また、別の不織布として、「 $0.005 \sim 0.3$  デニールの親油性繊維からなる  $0.5 \sim 0.95 \text{ g/cm}^3$  の繊維密度と、 $5 \sim 75 \text{ g/m}^2$  の目付を有する不織布」が提案されている（特許文献 4）。具体的には、メルトブロー不織布、スパンボンド不織布、スパ 50

ンレース不織布を熱ロールによりプレス加工して製造できることが開示されている。しかしながら、これらいずれの方法を採用しても、繊維が均一に分散した不織布であることが困難であり、前記性能に劣る場合があった。つまり、メルトブロー不織布は繊維径分布が広い、スパンボンド不織布は繊維径が太いため、そしてスパンレース不織布は水流によって繊維の配置が乱されるため、これら不織布はいずれも平均流量孔径が大きく、例えば、濾過性能が不十分な場合があった。

【0006】

更に別の不織布として、「繊維直径が1ミクロン以下の連続した微細繊維が相互に積層交差してなり、繊維間の開口部が1平方ミクロン以下である薄膜状のポリビニルアルコール系微細繊維シート状物」が提案されている（特許文献5）。しかしながら、この微細繊維シート状物は最大孔径及び平均流量孔径が大きく、前記性能が不十分な場合があった。例えば、濾過性能が不十分な場合があった。

【0007】

【特許文献1】特開平9-302563号公報（請求項10、実施例1など）

【0008】

【特許文献2】特開平10-325059号公報（請求項6、実施例1など）

【0009】

【特許文献3】特開2000-336568号公報（請求項1など）

【0010】

【特許文献4】特開平11-290127号公報（請求項1、段落番号0007、0012など）

【0011】

【特許文献5】特公平3-79467号公報（請求項1など）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明は前記問題点を解決するためになされたもので、繊維径の小さい繊維が均一に分散した平均流量孔径の小さい、各種性能の優れる不織布、及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明の請求項1にかかる発明は、「どこにおいても束状の状態にはない繊維から構成される、平均流量孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以下の不織布であり、前記構成繊維の平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以下であり、しかも前記構成繊維の繊維径の標準偏差（ $Dd$ ）の、平均繊維径（ $Da$ ）に対する比（ $Dd/Da$ ）が、 $0.2$ 以下であることを特徴とする不織布」である。このように、平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以下と繊維径が小さく、しかも比（ $Dd/Da$ ）が $0.2$ 以下という繊維径の揃った繊維が、どこにおいても束状にはない状態で、平均流量孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以下という程度に個々の繊維が均一に分散しているため、各種性能の優れる不織布である。

【0014】

本発明の請求項2にかかる発明は、「構成繊維が実質的に絡合していないことを特徴とする、請求項1記載の不織布」である。このように繊維が実質的に絡合していないことによって、個々の繊維がより均一に分散した、各種性能の優れる不織布である。

【0015】

本発明の請求項3にかかる発明は、「不織布の空隙率が $30\sim 70\%$ であることを特徴とする、請求項1又は請求項2記載の不織布」である。このような空隙率であると、繊維同士の密着の程度が高いため、より平均流量孔径の小さい不織布であることができ、また、機械的強度の優れる不織布である。

【0016】

本発明の請求項4にかかる発明は、「不織布の最大孔径が、平均流量孔径の3倍以下で

10

20

30

40

50

あることを特徴とする、請求項1～請求項3のいずれかに記載の不織布」である。このように、孔径分布の狭い不織布であると、分離性能、液体保持性能、払拭性、隠蔽性、絶縁性、或いは柔軟性の向上など、様々な性能に優れている。

#### 【0017】

本発明の請求項5にかかる発明は、「不織布を濾過材として使用することを特徴とする、請求項1～請求項4のいずれかに記載の不織布」である。本発明の不織布は細い繊維が均一に分散した平均流量孔径の小さいものであるため、優れた濾過性能を発揮できる。

#### 【0018】

本発明の請求項6にかかる発明は、「(1) 紡糸溶液をノズルから押し出すとともに、押し出した紡糸溶液に電界を作用させて繊維化する紡糸工程、(2) 前記繊維を捕集体上に集積させて繊維ウェブを形成する集積工程、(3) 前記繊維ウェブに圧力を加えて緻密化し、不織布を形成する緻密化工程、とを含むことを特徴とする、不織布の製造方法」である。この方法によれば、請求項1にかかる、細い繊維が均一に分散した各種性能の優れた不織布を製造することができる。

#### 【発明の効果】

#### 【0019】

本発明の不織布は、繊維径が小さく、しかも繊維径の揃った繊維が、均一に分散しているため、各種性能に優れている。

#### 【0020】

本発明の不織布の製造方法によれば、上記細い繊維が均一に分散した各種性能の優れた不織布を製造することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0021】

本発明の不織布は繊維径が小さく、繊維径の揃った繊維が、どこにおいても束状にはない状態で、平均流量孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以下という程度に個々の繊維が均一に分散していることによって、分離性能、液体保持性能、払拭性能、隠蔽性能、絶縁性能、或いは柔軟性など、様々な性能に優れている。

#### 【0022】

本発明の不織布は各種性能に優れているように、不織布構成繊維の平均繊維径は $1\mu\text{m}$ 以下である。不織布構成繊維の平均繊維径が小さければ小さい程、各種性能に優れているため、 $0.8\mu\text{m}$ 以下であるのが好ましく、 $0.6\mu\text{m}$ 以下であるのがより好ましく、 $0.45\mu\text{m}$ 以下であるのが更に好ましい。なお、不織布構成繊維の平均繊維径の下限は特に限定するものではないが、 $1\text{nm}$ 程度が適当である。

#### 【0023】

なお、本発明における「繊維径」は、不織布の電子顕微鏡写真から測定して得られる繊維の横断面における直径を意味し、横断面形状が非円形である場合には、横断面と同じ面積をもつ円の直径を繊維径とみなす。また、「平均繊維径( $D_a$ )」は、無作為に選んだ50本以上の繊維の繊維径の算術平均値をいう。

#### 【0024】

本発明の不織布は上記のように、構成繊維の平均繊維径が $1\mu\text{m}$ 以下であるため、構成繊維として $1\mu\text{m}$ 以下の極細繊維を含んでいるが、構成繊維の繊維径のバラツキが大きいと、均一に分散することが困難となり、平均流量孔径が大きくなって、各種性能が低下する傾向があるため、個々の構成繊維の繊維径が揃っている。つまり、構成繊維の繊維径の標準偏差( $D_d$ )の、平均繊維径( $D_a$ )に対する比( $D_d/D_a$ )が、 $0.2$ 以下である。この比( $D_d/D_a$ )の値が小さければ小さい程、構成繊維の繊維径が揃っていることを意味し、各種性能に優れているため、 $0.18$ 以下であるのが好ましい。なお、構成繊維の全てが同じ繊維径であれば、標準偏差値は0になるため、比( $D_d/D_a$ )の下限値は0である。

#### 【0025】

この「繊維径の標準偏差( $D_d$ )」は、計測した個々の構成繊維の繊維径( $\chi$ )に基い

10

20

30

40

50

て、次の式から算出した値をいう。なお、 $n$ は計測した構成繊維の本数（50本以上）を意味する。

$$\text{標準偏差 (Dd)} = \{ (n \Sigma \chi^2 - (\Sigma \chi)^2) / n (n - 1) \}^{1/2}$$

#### 【0026】

本発明の不織布を構成する繊維の繊維長は特に限定するものではないが、繊維の脱落が発生しにくいように、0.1mm以上であるのが好ましい。特に、構成繊維が連続繊維であるのが、脱落防止性という点で好ましい。このように構成繊維が連続繊維である場合、繊維径の測定は不織布の厚さ方向における切断面の電子顕微鏡写真をもとに行い、平均繊維径及び繊維径の標準偏差値は、前記電子顕微鏡写真における、無作為に選んだ50本以上の構成繊維の繊維径を基に算出する。

10

#### 【0027】

なお、本発明の不織布構成繊維は特に限定されるものではないが、例えば、ポリエチレングリコール、部分けん化ポリビニルアルコール、完全けん化ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリアクリロニトリル、ポリスチレン、ポリアミド、ポリイミド、ポリエチレンやポリプロピレンなどのポリオレフィンなどの有機材料、或いは石英ガラスなどの無機材料からなる繊維を挙げることができる。なお、不織布構成繊維は単一成分から構成されている必要はなく、二成分以上から構成されていても良い。また、不織布構成繊維は組成又は繊維径の点で異なる2種類以上の繊維が混在していても良い。

#### 【0028】

20

本発明の不織布は上述のような繊維から構成されているが、構成繊維は不織布のどこにおいても束状になく、個々の繊維が均一に分散した状態にある。これは、繊維が束状に集合した状態にあると、細い繊維を含んでいるにもかかわらず、太い繊維と大差がなく、各種性能があまり向上しない傾向があるためである。例えば、ある溶媒に対して溶解除去可能な樹脂成分Aと、前記溶媒に対して前記樹脂成分Aよりも溶解除去速度が遅い樹脂成分Bとからなる複合繊維を、前記溶媒に晒すことによって前記樹脂成分Aを溶解除去し、前記樹脂成分Bからなる細い繊維を発生させることも可能であるが、このような方法により発生させた繊維は束状に集合した状態にあり、各種性能があまり向上しないため、本発明においては採用することができない。

#### 【0029】

30

本発明の不織布は、上述のような繊維径が小さく、繊維径の揃った繊維が、どこにおいても束状にはない状態で分散したものであるが、その分散の程度が、平均流量孔径が0.8μm以下という程度に個々の繊維が均一に分散しているため、様々な性能に優れている。この平均流量孔径の値が小さければ小さい程、繊維が均一分散していることを意味するため、0.7μm以下であるのが好ましく、0.6μm以下であるのがより好ましく、0.5μm以下であるのが更に好ましく、0.4μm以下であるのが更に好ましい。なお、平均流量孔径の下限は特に限定するものではない。この「平均流量孔径」は、ASTM-F316に規定されている方法により得られる値をいい、例えば、ポロメータ（Perm Polometer、PMI社製）を用いてミーンフローポイント法により測定することができる。

40

#### 【0030】

本発明の不織布は、最大孔径が平均流量孔径の3倍以下（より好ましくは2.7倍以下）というレベルに繊維が均一分散した、孔径分布の狭いのが好ましい。理想的には、最大孔径が平均流量孔径の1倍、つまり全孔径が同じ大きさである。この「最大孔径」は、ポロメータ（Perm Polometer、PMI社製）を用いてバブルポイント法により測定される値をいう。

#### 【0031】

本発明の不織布は繊維同士が密着していることによって、平均流量孔径のより小さい不織布であることができ、また、機械的強度が優れているように、空隙率は30~70%であるのが好ましい。空隙率が70%を越えると、繊維の絶対量が少ないため、平均流量孔

50

径が大きくなったり、機械的強度が劣る傾向があるためで、65%以下であるのがより好ましく、60%以下であるのが更に好ましい。他方、空隙率が30%未満であると、通気性が低下し圧力損失が高くなったり、液体の保持量が低下するなど、不織布の特長の1つである多空隙が損なわれることによる弊害が目立ち始めるためで、32%以上であるのがより好ましく、35%以上であるのが更に好ましい。この「空隙率」は次の式から算出される値をいう。

$$P = \{1 - M / (T \times D)\} \times 100$$

ここで、Pは空隙率(%)、Mは不織布の目付( $\text{g}/\text{cm}^2$ )、Tは不織布の厚さ(cm)、Dは繊維を構成する樹脂の密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )をそれぞれ意味する。なお、密度の異なる樹脂からなる繊維が2種類以上存在する場合、および/または繊維が密度の異なる樹脂2種類以上から構成されている場合には、繊維を構成する樹脂の密度(D)は、それら繊維を構成する樹脂の密度の質量平均値を意味する。

#### 【0032】

本発明の不織布の目付(JIS L1085に準じて $10\text{cm} \times 10\text{cm}$ として測定した値)は特に限定するものではないが、 $0.05 \sim 30\text{g}/\text{m}^2$ であるのが好ましく、 $0.1 \sim 18\text{g}/\text{m}^2$ であるのがより好ましく、 $0.1 \sim 15\text{g}/\text{m}^2$ であるのが更に好ましい。また、不織布の厚さは、マイクロメーターを用いて測定した値( $\mu\text{m}$ )で、 $0.5 \sim 2000\mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $1 \sim 1500\mu\text{m}$ であるのがより好ましく、 $2 \sim 1000\mu\text{m}$ であるのが更に好ましい。

#### 【0033】

本発明の不織布を構成する繊維は実質的に絡合していないのが好ましい。このように構成繊維が実質的に絡合していないことによって、繊維が均一に分散した、孔径がより小さく、孔径分布のより狭い不織布であるためである。つまり、構成繊維が絡合するように、水流などの流体流を作用させると、構成繊維の再配列が生じ、構成繊維の配置が乱れ、孔径が大きく、孔径分布が広がるのに対して、構成繊維が絡合していないことによって、構成繊維の配置が乱れず、均一に分散した、孔径が小さく、孔径分布の狭い不織布であることが容易であるためである。このように、「構成繊維が実質的に絡合していない」とは、繊維ウェブを形成した後に絡合処理が施されていない状態をいう。

#### 【0034】

このように、本発明の不織布は、繊維径が小さく、繊維径の揃った繊維が、どこにおいても束状にはない状態で、平均流量孔径が $0.8\mu\text{m}$ 以下という程度に個々の繊維が均一に分散していることによって、分離性能、液体保持性能、私拭性能、隠蔽性能、絶縁性能、或いは柔軟性など、様々な性能に優れている。そのため、これら性能を活かした様々な用途に適用できる。例えば、液体又は気体用の濾過材、アルカリ電池やリチウム電池などの各種二次電池用セパレータ又は一次電池用セパレータ、燃料電池用電解質の支持体、芯地、マスク、傷当て材、各種指示薬担持用基材、ワイパー材などの用途に好適に使用できる。特に、液体又は気体用の濾過材として使用すると、濾過性能に優れている。

#### 【0035】

このような本発明の不織布は、例えば、(1)紡糸溶液をノズルから押し出すとともに、押し出した紡糸溶液に電界を作用させて繊維化する紡糸工程、(2)前記繊維を捕集体上に集積させて繊維ウェブを形成する集積工程、(3)前記繊維ウェブに圧力を加えて緻密化し、不織布を形成する緻密化工程、により製造することができる。

#### 【0036】

まず、紡糸溶液を用意する。この紡糸溶液は不織布を構成する繊維の材料を溶解させた溶液である。そのため、紡糸溶液は不織布構成繊維によって変化するため特に限定されるものではないが、例えば、ポリエチレングリコール、部分けん化ポリビニルアルコール、完全けん化ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリアクリロニトリル、ポリスチレン、ポリアミド、ポリイミド、ポリエチレンやポリプロピレンなどのポリオレフィンなどの有機高分子を溶解させた紡糸溶液、或いは金属アルコキシドを加水分解した曳糸性のゾル溶液を使用できる。これらの例示以外の材料も使

用可能であり、例示以外の材料も含め、2種以上の材料を溶解させた紡糸溶液を用いることもできる。

【0037】

これら繊維の材料を溶解させる溶媒は材料によって変化するため特に限定するものではないが、例えば、水、アセトン、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、トルエン、ベンゼン、シクロヘキサン、シクロヘキサノン、テトラヒドロフラン、ジメチルスルホキシド、1,4-ジオキサン、四塩化炭素、塩化メチレン、クロロホルム、ピリジン、トリクロロエタン、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン、エチレンカーボネート、ジエチルカーボネート、プロピレンカーボネート、アセトニトリルなどを挙げることができる。これら例示以外の溶媒も使用可能であり、例示以外の溶媒も含め、2種以上の溶媒を用いた混合溶媒も使用できる。

10

【0038】

このような紡糸溶液をノズルへ供給し、ノズルから押し出すとともに、押し出した紡糸溶液に電界を作用させて繊維化する。この紡糸溶液の押し出し方向は特に限定するものではないが、紡糸溶液が滴下して不織布の均一分散性を損なわないように、ノズルからの押し出し方向と重力の作用方向とが一致しないのが好ましい。特に、重力の作用方向と反対方向又は重力の作用方向と直角方向に紡糸溶液を押し出すのが好ましい。

【0039】

この紡糸溶液を押し出すノズルの直径は、構成繊維の繊維径によって変化するが、構成繊維の平均繊維径を $1\mu\text{m}$ 以下とすることができるよう、ノズルの直径（内径）は $0.05\sim 1.0\text{mm}$ 程度であるのが好ましい。

20

【0040】

また、ノズルは金属製であっても、非金属製であっても良い。ノズルが金属製であればノズルを一方の電極として使用することができ、ノズルが非金属製である場合には、ノズルの内部や紡糸溶液の流路内に電極を設置することにより、押し出した紡糸溶液に電界を作用させることができる。

【0041】

このようなノズルから紡糸溶液を押し出した後、押し出した紡糸溶液に電界を作用させることにより延伸して繊維化する。この電界は、不織布構成繊維の平均繊維径、ノズルと繊維を集積する捕集体との距離、紡糸溶液の溶媒、紡糸溶液の粘度などによって変化するため、特に限定するものではないが、構成繊維の平均繊維径を $1\mu\text{m}$ 以下とするには、 $0.2\sim 5\text{kV}/\text{cm}$ であるのが好ましい。印加する電界が大きければ、その電界値の増加に応じて構成繊維の繊維径が細くなる傾向があるが、 $5\text{kV}/\text{cm}$ を超えると、空気の絶縁破壊が生じやすく、また、 $0.2\text{kV}/\text{cm}$ 未満であると、繊維形状となりにくいためである。

30

【0042】

前述のように押し出した紡糸溶液に電界を作用させることにより、紡糸溶液に静電荷が蓄積され、捕集体側の電極によって電氣的に引張られ、引き伸ばされて繊維化する。電氣的に引き伸ばしているため、繊維が捕集体に近づくにしたがって、電界の作用が大きくなり、繊維の速度が加速され、繊維径のより小さい繊維となる。また、溶媒の蒸発によって細くなり、静電気密度が高まり、その電氣的反発力によって分裂して、更に繊維径の小さい繊維になると考えている。

40

【0043】

このような電界は、例えば、ノズル（金属製ノズルの場合にはノズル自体、ガラスや樹脂などの非金属製ノズルの場合にはノズルの内部や紡糸溶液の流路内の電極）と捕集体との間に電位差を設けることによって、作用させることができる。例えば、ノズルに電圧を印加するとともに捕集体をアースすることによって電位差を設けることができるし、逆に、捕集体に電圧を印加するとともにノズルをアースすることによって電位差を設けることもできる。なお、電圧を印加する装置は特に限定されるものではないが、直流高電圧発生

50



装置を使用できるほか、ヴァン・デ・グラフ起電機を用いることもできる。また、印加電圧は前述のような電界強度とすることができるのであれば良く、特に限定するものではないが、5～50KV程度であるのが好ましい。

#### 【0044】

なお、印加する電圧の極性はプラスとマイナスのいずれであっても良い。しかしながら、繊維の拡がりや抑制し、繊維を均一に分散させ、孔径が小さく、しかも孔径分布の狭い不織布を製造できるように、ノズル側をプラス電位となるようにするのが好ましい。特に、電圧印加時のコロナ放電を抑制しやすいように、捕集体側の対向電極を接地し、ノズル側をプラスに印加して、ノズル側をプラス電位となるようにするのが好ましい。

#### 【0045】

次いで、(2)前記繊維を捕集体上に集積させて繊維ウェブを形成する集積工程を実施する。この集積工程で使用する捕集体は、繊維を捕集できるものであれば良く特に限定されるものではないが、例えば、不織布、織物、編物、ネット、平板、ドラム、或いはベルト形状を有する、金属製や炭素などからなる導電性材料、有機高分子などからなる非導電性材料を使用できる。また、場合によっては水や有機溶媒などの液体を捕集体として使用できる。

#### 【0046】

前述のように捕集体を他方の電極として使用する場合には、捕集体は体積抵抗が $10^9 \Omega$ 以下の導電性材料(例えば、金属製)からなるのが好ましい。一方、ノズル側から見て、捕集体よりも後方に対向電極として導電性材料を配置する場合には、捕集体は必ずしも導電性材料である必要はない。後者のように、捕集体よりも後方に対向電極を配置する場合、捕集体と対向電極とは接触していても良いし、離間していても良い。

#### 【0047】

そして、(3)前記繊維ウェブに圧力を加えて緻密化し、不織布を形成する緻密化工程を実施する。この繊維ウェブの緻密化は、例えば、カレンダーやプレス機を使用して実施することができる。なお、緻密化工程における圧力は平均流量孔径を $0.8 \mu m$ 以下とすることのできる圧力であれば良く、特に限定されるものではないが、例えば、カレンダーにより前記平均流量孔径とする場合には、線圧力を $0.3 \sim 3 kN/cm$ とするのが好ましい。なお、加圧する際に繊維が溶融してしまうと、繊維形態であることによる各種性能を損なうため、加圧する際の温度は、繊維の融点よりも低い温度であるのが好ましく、融点よりも $5^\circ C$ 以上低い温度であるのがより好ましい。

#### 【0048】

本発明の不織布を構成する繊維の繊維径の標準偏差( $Dd$ )の、平均繊維径( $Da$ )に対する比( $Dd/Da$ )を $0.2$ 以下とするためには、用いる紡糸溶液、印加電圧、ノズルと捕集体の距離等によって条件が異なるが、ノズルからの押し出し量と電界による繊維の引き出し量とのバランスをとることによって製造することができる。

#### 【0049】

なお、平均流量孔径を $0.8 \mu m$ 以下とするには、紡糸溶液、印加電圧、ノズルと捕集体の距離、ノズル及び/又は捕集体を不織布の長手方向と交差する方向へ移動させる、或いは緻密化条件等のバランスをとることによって、平均流量孔径を $0.8 \mu m$ 以下とすることができる。

#### 【0050】

また、不織布の最大孔径が平均流量孔径の3倍以下、及び/又は空隙率を $30 \sim 70\%$ とするには、紡糸溶液、印加電圧、ノズルと捕集体の距離、緻密化条件等のバランスをとることによって、製造することができる。

#### 【0051】

本発明の不織布を各種用途に適用する場合には、各種用途に適応するように、各用途に適した後加工を施すことができる。例えば、不織布を濾過材として使用する場合には、エレクトレット化加工、襞折加工などを実施することができる。

#### 【0052】

10

20

30

40

50

以下に、本発明の実施例を記載するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【実施例】

【0053】

(実施例1)

平均重合度1000の部分けん化ポリビニルアルコール(けん化度:88%、PVA)を純水に加熱溶解させた、濃度15mass%の紡糸溶液を用意した。

【0054】

また、シリンジにポリテトラフルオロエチレン製チューブを接続し、更に前記チューブの先端に、内径が0.6mmのステンレス製ノズルを取り付けて、紡糸装置とした。次いで、前記ノズルに高電圧電源を接続した。更に、前記ノズルと対向し、10cm離れた位置に、表面に導電フッ素加工を施したステンレス薄板を取り付けたドラム(捕集体、接地)を設置した。

10

【0055】

次いで、前記紡糸溶液を前記シリンジに入れ、マイクロフィーダーを用いて、重力の作用方向と直角の方向へ押し出す(押し出し量:1.1g/時間)とともに、前記ドラムを一定速度(表面速度:0.9m/分)で回転させながら、前記高電圧電源からノズルに+18kVの電圧を印加して、押し出した紡糸溶液に電界を作用させて繊維化し、前記ドラムのステンレス薄板上に繊維を集積させて繊維ウェブを形成した。なお、繊維ウェブを形成する際に、前記ノズルはドラムの回転方向と直角方向に一定速度(移動速度:2.5cm/分)で往復揺動させて、繊維の分散性を高め、不織布の均一性を高めた。

20

【0056】

次いで、得られた繊維ウェブを温度105℃で乾燥した後、温度160℃に加熱して、繊維ウェブ構成繊維であるポリビニルアルコール繊維の結晶化を行った。

【0057】

次に、結晶化させたポリビニルアルコール繊維の繊維ウェブを、金属ロールと樹脂ロールとからなる、温度80℃に設定されたカレンダー間(線圧力:1.8kN/cm)を通すことにより緻密化して、本発明の不織布を製造した。この不織布を構成するポリビニルアルコール繊維は連続繊維で、不織布のどこにおいても束状ではなく、ポリビニルアルコール繊維が均一に分散した状態にあり、しかも実質的に絡合していない状態にあった。この不織布の物性は表1に示す通りであった。

30

【0058】

(実施例2)

数平均分子量15万のポリアクリロニトリルを、N,N-ジメチルホルムアミドに濃度12mass%となるように溶解させた紡糸溶液を使用したこと、押し出し量を2.5g/時間としたこと、及びノズルへの印加電圧を+15kVとしたこと以外は、実施例1と全く同様にして繊維ウェブを形成した。

【0059】

次いで、得られた繊維ウェブを温度160℃で乾燥した。

【0060】

次に、乾燥した繊維ウェブを、金属ロールと樹脂ロールとからなる、温度80℃に設定されたカレンダー間(線圧力:1.8kN/cm)を通すことにより緻密化して、本発明の不織布を製造した。この不織布を構成するポリアクリロニトリル繊維は連続繊維で、不織布のどこにおいても束状ではなく、ポリアクリロニトリル繊維が均一に分散した状態にあり、しかも実質的に絡合していない状態にあった。この不織布の物性は表1に示す通りであった。

40

【0061】

(実施例3)

数平均分子量8万のポリアクリロニトリルを、N,N-ジメチルホルムアミドに濃度20mass%となるように溶解させた紡糸溶液を使用したこと、押し出し量を2.2g/

50

時間としたこと以外は、実施例 2 と全く同様にして、不織布を製造した。この不織布を構成するポリアクリロニトリル繊維は連続繊維で、不織布のどこにおいても束状ではなく、ポリアクリロニトリル繊維が均一に分散した状態にあり、しかも実質的に絡合していない状態にあった。この不織布の物性は表 1 に示す通りであった。

#### 【0062】

##### (比較例 1)

5-スルホイソフタル酸を共重合成成分とするポリエチレンテレフタレートとポリプロピレンとを、質量比 57.5 : 42.5 のペレット状態で混合紡糸し、延伸した後、50 mm に裁断し、ポリプロピレンからなる島成分を約 2,400 個有する、織度 1.5 d t e x の海島型分割性繊維を得た。

#### 【0063】

この海島型分割性繊維を 100% 使用し、カード法により形成した一方向性繊維ウェブを、クロスレイヤーにより繊維ウェブの進行方向に対して交差するように積層し、目付が  $90 \text{ g/m}^2$  の交差繊維ウェブを形成した。

#### 【0064】

次いで、この交差繊維ウェブを目開きが 0.147 mm (100 メッシュ)、線径 0.15 mm のネットに載置し、直径 0.13 mm、ピッチ 0.6 mm でノズルを配置したノズルプレートから、順に、圧力 7.8、7.8、11.8、11.8 MPa の水流を交差繊維ウェブに対して噴出し、交差繊維ウェブを構成する海島型分割性繊維を分割するとともに絡合して絡合繊維ウェブを形成した。

#### 【0065】

次いで、この絡合繊維ウェブを、温度 80℃ の 12 mass % 水酸化ナトリウム水溶液に 40 分間浸漬して、海島型分割性繊維の海成分である 5-スルホイソフタル酸を共重合成成分とするポリエチレンテレフタレートを分解抽出して、目付  $39 \text{ g/m}^2$ 、厚さ 0.14 mm の、ポリプロピレン極細繊維からなる絡合繊維ウェブを形成した。

#### 【0066】

次いで、このポリプロピレン極細繊維からなる絡合繊維ウェブを、パークレン中、厚さ 1 cm の鉄板上に載置した状態で、超音波ホーンと鉄板との距離を 2 mm、振幅 50  $\mu\text{m}$ 、周波数 20 kHz で 10 秒間、超音波ホーンから超音波を照射して、表面に位置していたポリプロピレン極細繊維 (平均繊維径: 0.22  $\mu\text{m}$ ) を分散させて不織布を形成した。この不織布の内部には、束状の極細繊維が絡合した状態にあった。この不織布の物性は表 1 に示す通りであった。

#### 【0067】

##### (比較例 2)

実施例 2 における乾燥した繊維ウェブを不織布とした。つまり、実施例 2 における乾燥した繊維ウェブをカレンダーに通さず、緻密化を行わなかった。この不織布を構成するポリアクリロニトリル繊維は連続繊維で、不織布のどこにおいても束状ではなく、ポリアクリロニトリル繊維が均一に分散した状態にあり、しかも実質的に絡合していない状態にあった。この不織布の物性は表 1 に示す通りであった。

#### 【0068】

##### (比較例 3)

比較例 1 と全く同様にして形成したポリプロピレン極細繊維からなる絡合繊維ウェブを、目開き 0.147 mm (100 メッシュ)、線径 0.15 mm のネットに載置し、直径 0.1 mm、ピッチ 0.6 mm でノズルを配置したノズルプレートから、圧力 4.9 MPa の水流を絡合繊維ウェブに対して噴出した後、絡合繊維ウェブを反転させ、同様のノズルプレートから圧力 4.9 MPa の水流を絡合繊維ウェブの反対面に対して噴出して、極細繊維を分散させて不織布を形成した。この不織布表面には、束状のポリプロピレン極細繊維 (平均繊維径: 0.22  $\mu\text{m}$ ) が確認され、極細繊維の分散が不十分で表面が不均一なものであった。この不織布の物性は表 1 に示す通りであった。

#### 【0069】

## (比較例 4)

海島型繊維として、5-スルホイソフタル酸を共重合成分とするポリエチレンテレフタレートからなる海成分中に、ポリメチルペンテンからなる島成分が61個存在する、複合紡糸法により得た繊維（繊維度：1.7 dtex、繊維長：3 mm）を用意した。

## 【0070】

次いで、この海島型繊維を、温度80℃の10 mass %水酸化ナトリウム水溶液からなる浴中に40分間浸漬し、海島型繊維の海成分である共重合ポリエステルを抽出除去して、ポリメチルペンテン極細繊維（平均繊維径（Da）：1 μm、繊維径の標準偏差（Dd）：0.17、融点：234℃、繊維長3 mm、フィブリル化していない、延伸されている）を得た。

10

## 【0071】

他方、接着性繊維として、芯成分がポリプロピレン（融点：158℃）からなり、鞘成分（接着成分）が高密度ポリエチレン（融点：131℃）からなる芯鞘型複合繊維（繊維径：11.8 μm、繊維長：10 mm、フィブリル化していない、延伸されている）を用意した。

## 【0072】

次いで、前記ポリメチルペンテン極細繊維と接着性繊維とを、質量比50：50で水からなる分散浴に分散させ、角型手抄き抄紙機により抄造した後、温度140℃で乾燥すると同時に接着性繊維の接着成分で接着した。

## 【0073】

20

次いで、この接着した繊維ウェブを金属ロールと樹脂ロールとからなるカレンダーにより、温度80℃、線圧力1.8 kN/cmの条件下で加圧して、不織布を製造した。この不織布を構成する繊維は分散した状態にあり、しかも実質的に絡合していない状態にあった。この不織布の物性は表1に示す通りであった。

## 【0074】

## (比較例 5)

オリフィス径0.3 mmで、ピッチ0.8 mmで配置されたノズルピースを温度330℃に加熱し、1つのオリフィスあたり0.33 g/min.の割合でポリプロピレンを吐出し、この吐出したポリプロピレンに対して、温度330℃、かつ質量比で繊維吐出量の240倍量の空気を吹き付けて、メルトブロー繊維ウェブを製造した。

30

## 【0075】

次いで、この繊維ウェブを金属ロールと樹脂ロールとからなるカレンダーにより、温度80℃、線圧力1.8 kN/cmの条件下で加圧して、不織布を製造した。この不織布の物性は表1に示す通りであった。

## 【0076】

## (捕集効率の測定)

JIS 11種の塵埃を水に分散させ、均一に攪拌して試験液とした。そして、この試験液に含まれる粒子数をパーティクルセンサー（LiQuilaz S03：PMS社製）を用いて、0.5～0.6 μmの粒子数を計測した（A）。

40

## 【0077】

次いで、各濾過材（実施例1～3及び比較例1～5の不織布）を直径25 mmに打ち抜き、サンプルホルダーにセットした後、前記試験液を攪拌しながら、流量100 mL/分で通水させた。

## 【0078】

そして、通水1分後における濾液を採取し、この濾液に含まれる粒子数をパーティクルセンサー（LiQuilaz S03）を用いて、0.5～0.6 μmの粒子数を計測した（B）。

## 【0079】

その後、捕集効率を次式により算出し、各濾過材の捕集効率とした。この結果は表1に示す通りであった。

50

捕集効率 (%) = { (A - B) / A } × 100

ここで A は試験液の粒子数を意味し、B は濾液の粒子数を意味する。

【0080】

【表1】

単位	平均繊維径 μm	Dd/Da	目付 g/m <sup>2</sup>	厚さ μm	繊維構成樹脂密度 g/cm <sup>3</sup>	空隙率 %	平均流量孔径 μm	最大孔径 μm	孔径比 <sup>#1</sup> 倍	捕集効率 %
実施例1	0.2	0.17	3.5	7.5	1.2	61.1	0.29	0.83	2.86	>99.99
実施例2	0.42	0.19	7.5	13	1.2	51.9	0.25	0.67	2.68	>99.99
実施例3	0.58	0.18	7.1	14	1.2	57.7	0.75	2.1	2.80	99.6
比較例1	0.22	0.5	39	140	0.91	69.4	0.42	2.6	6.19	90.7
比較例2	0.42	0.19	7.5	45	1.2	86.1	0.88	2.4	2.73	96.8
比較例3	0.22	0.5	39	280	0.91	84.7	1.6	4.7	2.94	62.2
比較例4	1.1	0.97	35	73	0.89	46.1	2.0	2.9	1.45	54.6
比較例5	1.6	0.46	32	67	0.91	47.5	2.5	13.7	5.48	17.0

#1: (最大孔径)/(平均流量孔径)

【0081】

10

20

30

40

50

表 1 から明らかなように、本発明の不織布は濾過性能の優れるものであった。これは、繊維径が小さく、しかも繊維径の揃った繊維が、均一に分散していることに起因すると考えられた。